

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2000年12月21日 (21.12.2000)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 00/76749 A1

(51) 国際特許分類⁷: B29C 55/12, C08J 5/18,
G11B 5/73 // B29K 67:00, C08L 67:02

(KOBAYASHI, Ieyasu) [JP/JP]. 大澤利文 (OSAWA, Toshifumi) [JP/JP]; 〒229-1105 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社 相模原研究センター内 Kanagawa (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP00/03780

(22) 国際出願日: 2000年6月9日 (09.06.2000)

(74) 代理人: 弁理士 大島正孝(OHSHIMA, Masataka); 〒160-0004 東京都新宿区四谷四丁目3番地 福屋ビル 大島特許事務所 Tokyo (JP).

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(81) 指定国 (国内): JP, KR, US.

(30) 優先権データ:
特願平11/166593 1999年6月14日 (14.06.1999) JP
特願平11/347391 1999年12月7日 (07.12.1999) JP

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 帝人株式会社 (TEIJIN LIMITED) [JP/JP]; 〒541-0054 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号 Osaka (JP).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 小林家康

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: BIAXIALLY ORIENTED POLYESTER FILM AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: 二軸配向ポリエステルフィルムおよび磁気記録媒体

(57) Abstract: A biaxially oriented polyester film for magnetic recording media, wherein (1) the film has a width-direction dimensional change of 0.40% or smaller through 72-hour treatment at 49°C and 90 %RH under a machine-direction load of 170 (g/12.65 mm), (2) the film has a crystallinity of 27 to 45%, (3) the width-direction thermal expansion coefficient α_t ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) and width-direction moisture expansion coefficient α_h ($\times 10^{-6}/\%\text{RH}$) of the film satisfy the relationship $(\alpha_t + 2\alpha_h) \leq 45$, (4) the film has a width-direction thermal shrinkage of 0 to 0.7%, and (5) the film has a thickness of 3 to 7 μm . The film is useful especially in digital data storage of the linear track type. It is less apt to produce errors caused by track shifting due to tape width fluctuations, and improves output properties.

[続葉有]

WO 00/76749 A1



(57) 要約:

- (1) 縦方向に170 (g/12.65mm) の荷重をかけ、49℃、90%RHで72時間処理した時の処理前後の幅方向の寸法変化が0.40%以下で、
- (2) 該フィルムの結晶化度が27~45%で、
- (3) 該フィルムの幅方向の温度膨張係数 α_t ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) と湿度膨張係数 α_h ($\times 10^{-6}/\%RH$) の関係が $(\alpha_t + 2\alpha_h) \leq 45$ であり、
- (4) 該フィルムの幅方向の熱収縮率が0~0.7%であり、そして
- (5) 厚みが3~7 μm である

磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。このフィルムは、特にリニアトラック方式のデジタルデータストレージ用途に有用であり、テープ幅の寸法変化によるトラックずれによるエラーを発生し難く、出力特性を向上させる。

明 細 書

二軸配向ポリエステルフィルムおよび磁気記録媒体

5 技術分野

本発明は磁気記録媒体用、特にデジタルデータストレージテープ用二軸配向ポリエステルフィルムおよびそれをベースフィルムとする磁気記録媒体に関する。

従来の技術

- 10 ポリエステルフィルムは優れた熱、機械特性を有することから磁気記録媒体用、電気絶縁用など広い分野で用いられている。磁気記録媒体、特にデータストレージ用磁気記録媒体においては、テープの高容量化、高密度化がかなり進み、それに伴ってベースフィルムへの特性要求も厳しいものとなっている。Q I C、D L T、さらに高容量のスーパーD L T、L T Oのごとき、リニアトラック方式を採
- 15 用するデータストレージ用磁気記録媒体では、テープの高容量化を実現するために、トラックピッチを非常に狭くしており、そのためテープ幅方向の寸法変化が起こると、トラックずれを引き起こし、エラーが発生するという問題をかかえている。これらの寸法変化には、温湿度変化によるものと、高張力下で高温高湿の状態で繰り返し走行させたときに生じる幅方向の経時収縮によるものがある。
- 20 この寸法変化が大きいと、トラックずれを引き起こし、電磁変換時のエラーが発生する。特に、後者の場合、テープ記録高容量化に伴ってテープ厚みを薄くすることにより顕著となり、この寸法変化の改善が新たな課題となっている。この幅方向の経時収縮は、ベースフィルムの縦方向ヤング率を大きくすることで改善することができるが、他方ではポリマー特性と製膜性の点から、縦方向のヤング率
- 25 を大きくすればする程、横方向のヤング率の上限は小さくなり、結果として、前者の温湿度変化による寸法変化が大きくなり、両者を両立させることが難しい状況にある。

特開平 5 - 2 1 2 7 8 7 号公報には、縦方向のヤング率 (E M) および横方向

のヤング率 (E T) がそれぞれ 550 kg/mm^2 以上および 700 kg/mm^2 以上であり、両ヤング率の比 (E T / E M) が 1.1 ~ 2.0 であり、70℃ 相対湿度が 65% に無荷重下で 1 時間保持したときの縦方向の収縮率が 0.02% 以下であり、縦方向の温度膨張率 (α_t) が $10 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 以下であり、
 5 そして縦方向の湿度膨張係数 (α_h) が $15 \times 10^{-6} / \% \text{RH}$ 以下である二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレートフィルムが開示されている。

国際公開 WO 99 / 29488 号には、横方向の熱膨張係数 α_t ($\times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$)、横方向の湿度膨張係数 α_h ($\times 10^{-6} / \% \text{RH}$) および縦方向に荷重を
 10 負荷したとき該荷重に対する横方向の収縮率 P (ppm/g) との間に下記式

$$1 \leq P - \frac{(\alpha_t + \alpha_h)}{10} \leq 10$$

15

が成立する、厚み $7 \mu\text{m}$ 未満の二軸配向ポリエステルフィルムが開示されている。

発明の開示

本発明の目的は、上記問題を解決し、特にリニアトラック方式のデジタルデータストレージ用磁気記録媒体のベースフィルムとして、テープ幅の寸法変化によるトラックずれによるエラーが発生し難くかつ出力特性を向上させることができる二軸配向ポリエステルフィルムを提供することにある。
 20

本発明の他の目的は、本発明の二軸配向ポリエステルフィルムをベースフィルムとする磁気記録媒体、特にデジタルデータストレージ用磁気記録媒体を提供
 25 することにある。

本発明のさらに他の目的および利点は、以下の説明から明らかになるう。

本発明によれば、本発明の上記目的および利点は、第 1 に、

(1) フィルムの厚み方向の単位断面積 1 mm^2 当り 2.7 kg の荷重を負荷して 49°C 、90% RH で 72 時間処理したとき、処理前後のフィルム面において

- 上記荷重負荷方向と直交する方向の寸法変化が0.40%以下であり、
- (2) 結晶化度が27~45%であり、
- (3) フィルム面において上記荷重負荷方向と直交する方向の温度膨張係数 α_t が $-5 \times 10^{-6} \sim +20 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲にあり、フィルム面において上記
- 5 荷重負荷方向と直交する方向の湿度膨張係数 α_h が $+5 \times 10^{-6} \sim +20 \times 10^{-6} / \% \text{RH}$ の範囲にありかつ $(\alpha_t + 2\alpha_h)$ の値が $+45 \times 10^{-6}$ 以下であり、
- (4) フィルム面において上記荷重負荷方向と直交する方向の熱収縮率が0~0.7%の範囲にあり、そして
- 10 (5) フィルム厚みが3~7 μm の範囲にある、
- ことを特徴とする、磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルムによって達成される。
- 本発明の上記目的および利点は、第2に、
- 本発明の二軸配向ポリエステルフィルムおよびその片側表面上の磁性層からなる
- 15 磁気記録媒体によって達成される。

図面の簡単な説明

図1は、フィルム横方向の収縮率を測定する装置の説明図である。

20 発明の好ましい実施態様

ポリエステル

- 本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの素材であるポリエステルとしては、例えばポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンイソフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレート、ポ
- 25 リエチレン- α , β -ビス(2-クロルフェノキシ)エタン-4,4'-ジカルボキシレートおよびこれらのポリエステルの繰返し単位の2種以上からなる共重合体等を挙げることがでる。これらの中でもポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレート、ポリエチレン- α , β -ビ

ス（２－クロロフェノキシ）エタン－４，４’－ジカルボキシレートが好ましく、ポリエチレン－２，６－ナフタレンジカルボキシレートが特に好ましい。

本発明におけるポリエステルは、先に挙げたポリマーの中の１種類の単独および２種以上のポリエステルの混合体であることができる。また、本発明の効果を
5 阻害しない範囲であれば、各種添加剤が添加されていてもかまわない。

前記ポリエステルは、ｏ－クロロフェノール中の溶液として３５℃で測定して求めた固有粘度が、好ましくは０．４～０．９、さらに好ましくは０．５～０．７、特に好ましくは０．５１～０．６５のものである。

表面粗さおよび添加粒子

10 本発明における二軸配向ポリエステルフィルムは単層フィルムでも積層フィルムでもよい。そして、これらフィルムの磁性層を設ける側の表面粗さWR a（中心面平均粗さ）は１～１０ nm、さらには２～１０ nm、特に２～８ nmであることが好ましい。かつまた、WR z（１０点平均粗さ）は３０～２５０ nm、さらには３０～２００ nm、特に３０～１５０ nmであることが好ましい。この表
15 面粗さWR aが１０ nmより大きい、あるいはWR zが１５０ nmより大きいと、磁性層の表面が粗くなり、満足し得る電磁変換特性が得られなくなる。一方、この表面粗さWR aが１ nm未満、あるいはWR zが３０ nm未満であると、表面が平坦になりすぎ、パスロールまたカレンダーでの滑りが悪くなり、シワが発生し、磁性層をうまく塗布できなくなったり、またうまくカレンダーをかけられな
20 くなってしまう。

前記二軸配向ポリエステルフィルムの非磁性層側（例えば、バックコート層塗布側）の表面粗さWR a（中心面平均粗さ）、WR z（１０点平均粗さ）は単層フィルムの場合、前記した磁性層を設ける側の表面粗さWR a、WR zと実質的に同じである。そしてこの場合、表面粗さWR a、WR zの値は電磁変換特性と
25 走行性を満足させる点から選択される。

また積層フィルムの場合、非磁性層側のフィルム表面粗さWR a（中心面平均粗さ）は５～２０ nm、さらには５～１５ nm、特に８～１２ nmであることが好ましい。かつまた、WR z（１０点平均粗さ）は１００～３００ nm、さらに

は100～200 nm、特に150～200 nmであることが好ましい。この表面粗さWR aが20 nmより大きい、あるいはWR zが300 nmより大きいと、平坦層（磁性層）側表面への突起の突き上げ、また磁気テープ巻取時の磁性層表面への表面凹凸の転写が大きくなり、磁性層面が粗れ、満足し得る電磁変換特性が得られなくなる。一方、この表面粗さWR aが5 nm未満、あるいはWR zが100 nm未満であると、フィルムの滑りが悪くなったり、あるいはエアスクイズ性が悪くなり、フィルムスリット時、ブツが発生したり、あるいは縦シワが発生し、満足し得る巻取性が得られない。

前記表面粗さWR a、WR zは、フィルム中に不活性微粒子例えば、周期律表第IIA、第IIB、第IVA、第IVBの元素を含有する無機微粒子（例えば、カオリン、アルミナ、酸化チタン、炭酸カルシウム、二酸化ケイ素など）、架橋シリコーン樹脂、架橋ポリスチレン、架橋アクリル樹脂粒子等のごとき耐熱性の高いポリマーよりなる微粒子などを含有させることで、あるいは微細凹凸を形成する表面処理例えば易滑塗剤のコーティング処理によって調整することができる。

不活性微粒子を含有させる場合、微粒子の平均粒径は好ましくは0.05～0.8 μm、さらに好ましくは0.1～0.6 μmであり、特に好ましくは0.1～0.4 μmである。またこの量は好ましくは0.001～1.0重量%（対ポリマー）、さらに好ましくは0.01～0.5重量%（対ポリマー）、特に好ましくは0.02～0.3重量%（対ポリマー）である。また、フィルム中に含有させる不活性微粒子は単成分系でも多成分系でもよいが、特に非磁性層側のポリマーには、テープの電磁変換特性とフィルムの巻取性の両立から、2成分系あるいは、それ以上の多成分系の不活性微粒子を含有させることが好ましい。フィルム表面のWR aやWR zの調整は、微粒子の平均粒径、添加量を上記の範囲から適宜選択することで行うとよい。また、WR zの調整は、さらに微粒子の粒径をシャープにししたり、粗大粒子を除去する手段等を用いることで調整するのが好ましい。

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムは、単層フィルムでも、積層フィルムでもよいが、テープの電磁変換特性とフィルムの巻取性を両立させるのが容易である点からは、積層フィルムの方がより好ましい。この積層フィルムとし

ては、2種以上のポリエステルを積層したものがあげられる。なお、2種以上のポリエステルを積層した積層フィルムの各々の層のポリエステルは同じものでも違ったものでもよいが、同じものの方がより好ましい。

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムには、また、接着性あるいは易滑性向上のため、片面あるいは両面に塗布層をコーティングしたものも含まれる。塗布層としては、例えばポリエステル系、ポリウレタン系あるいはポリアクリル系の水性樹脂（例えば水溶性樹脂、水分散性樹脂等）を固形分中に50重量%以上含有したものが好ましい。前記水性樹脂としては塗膜形成水性樹脂として公知のものをを用いることができる。また、易滑性向上のために、塗布層は不活性粒子を含有してもよい。この不活性粒子としては、例えばコロイダルシリカのごとき無機粒子、あるいは架橋アクリル樹脂粒子、シリコーン樹脂粒子、ポリスチレン粒子のごとき有機粒子が挙げられる。これらのうち、耐削れ性の観点から、無機粒子より、有機粒子の方がより好ましい。この粒子の平均粒径は、好ましくは5～100 nm、さらに好ましくは5～50 nm、特に好ましくは5～30 nmである。粒子の含有量は、塗剤固形分中、好ましくは0.5～40重量%、さらに好ましくは1～30重量%、特に好ましくは5～20重量%である。粒子は球形に近いものがより好ましく、また粒径もそろったものがより好ましい。また、塗布層には界面活性剤を固形分中に好ましくは1～30重量%、さらに好ましくは5～20重量%、特に好ましくは5～15重量%含有させることが望ましい。塗布層の厚み（固形分）は、好ましくは1～50 nm、さらに好ましくは1～30 nm、特に好ましくは3～20 nmである。

なお、塗布層の形成は、ポリエステルフィルムの製膜工程で一軸延伸後塗布し、上記延伸方向と直交する方向に延伸時に乾燥して形成するインライン塗布方式でも、あるいは二軸配向フィルムに塗布するオフライン塗布方式でもよいが、インライン塗布方式の方が塗膜形成の観点からより好ましい。

フィルム厚み

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、フィルム全体の厚みが3～7 μm 、好ましくは4～6 μm である。この厚みが7 μm を超えると、テープ厚みが厚く

なりすぎ、例えばカセットに入れるテープ長さが短くなり、十分な磁気記録容量が得られない。一方、 $3\text{ }\mu\text{m}$ 未満ではフィルム厚みが薄い故に、フィルム製膜時にフィルム破断が多発し、またフィルムの巻取性が不良となり、良好なフィルムロールが得られない。

5 荷重下温湿度処理による荷重負荷方向に直交する方向の寸法変化

- 本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、フィルムの厚み方向の単位断面積 1 mm^2 当り 2.7 kg の荷重を負荷して 49°C 、 $90\%\text{RH}$ で 72 時間処理したとき、処理前後のフィルム面において上記荷重負荷方向と直交する方向（幅方向）の寸法変化が 0.40% 以下のものである。寸法変化は、好ましくは 0.35% 以下、特に好ましくは 0.3% 以下である。この寸法変化が 0.4% より大きいと、高張力下かつ高温高湿の状態で、テープを繰返し走行させたとき、幅方向の寸法変化が大きくなり、トラックずれを引き起こし、記録・再生のエラーを発生させるようになる。
- 10

結晶化度

- 15 本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの結晶化度は $27\sim 45\%$ 、好ましくは $30\sim 40\%$ 、特に好ましくは $30\sim 45\%$ である。この結晶化度が 27% 未満であると、前述の縦方向荷重による幅方向の寸法変化が大きくなり、トラックずれを生じるので好ましくない。一方、結晶化度が 45% を超えると、温湿度変化に伴う可逆的な幅方向の寸法変化が大きくなり、トラックずれが生じるので好ましくない。
- 20

熱収縮率

- 本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの上記幅方向の熱収縮率は $0\sim 0.7\%$ 、より好ましくは $0\sim 0.5\%$ 、特に好ましくは $0\sim 0.3\%$ である。この熱収縮率が 0% 以下の場合、フィルムが伸び方向となり、フィルムが波打ち、うまく巻けなくなったり、また製膜工程等で割れが発生する。一方、 0.7% を超えると、幅方向の寸法変化が大きくなり、トラックずれが生じるので好ましくない。
- 25

膨張係数

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、さらに、フィルム面において上記幅方向の温度膨張係数 α_t が $-5 \times 10^{-6} \sim +20 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ の範囲にあり、フィルム面において上記幅方向の湿度膨張係数 α_h が $+5 \times 10^{-6} \sim +20 \times 10^{-6}/\% \text{RH}$ の範囲にありかつ $(\alpha_t + 2\alpha_h)$ の値が $+45 \times 10^{-6}$ 以下である。 $(\alpha_t + 2\alpha_h)$ の値は、好ましくは $+40 \times 10^{-6}$ 以下であり、さらに好ましくは $+35 \times 10^{-6}$ 以下である。 $(\alpha_t + 2\alpha_h)$ の値が 45×10^{-6} より大きいと、温湿度変化による寸法変化が大きくなり、トラックずれを引き起こし、記録・再生のエラーを発生させるようになる。

吸熱ピーク

- 10 本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、好ましくは示差走査型熱量計（DSC）での測定において $120 \sim 160^{\circ}\text{C}$ の温度範囲に 0.05 mJ/mg 以上の熱量の吸熱ピークを持つ。この吸熱ピークが 0.05 mJ/mg 未満であると、テープのクリープが改良されず、高張力下かつ高温高湿の状態で繰返し走行させた時、幅方向の寸法変化が大きくなり、トラックずれを引き起こし、記録・再生
- 15 のエラーを発生させるようになる。

この吸熱ピークは、好ましくは 0.1 mJ/mg 以上、さらに好ましくは 0.2 mJ/mg 以上の熱量を示す。

ヤング率

- 本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、上記荷重負荷方向（縦方向）のヤング率が 6 GPa 以上、さらには 7 GPa 以上、特に 8 GPa 以上であることが好ましい。縦方向のヤング率が 6 GPa 未満であると、磁気テープの縦方向強度が弱くなり、記録・再生時に縦方向に強い力がかかると、容易に破断してしまう。
- また、上記荷重負荷方向と直交する方向（横方向）のヤング率は 4 GPa 以上、さらには 5 GPa 以上、特に 6 GPa 以上であることが好ましい。横方向のヤング率が 4 GPa 未満であると、リニアトラック方式の磁気テープとした場合、温湿度変化時の幅方向の寸法変化が大きくなり、トラックずれによる記録・再生のエラーが発生してしまう。
- 25

また、縦方向のヤング率と横方向のヤング率の和が $10 \sim 20 \text{ GPa}$ 、さら

には12～16 GPaであることが好ましい。さらに、リニアトラック方式の磁気テープ用として供する場合、縦方向の伸びを少なくする点から、縦方向のヤング率が横方向のヤング率より大きいことが好ましい。縦方向のヤング率と横方向のヤング率の和が10 GPa未満であると、磁気テープの強度が弱くなり、テープが容易に破断したり、また温湿度変化時の寸法変化が大きくなり、トラックずれによる記録・再生のエラーが発生し、満足し得る高密度磁気媒体が得られない。一方、20 GPaを超えると、フィルム製膜時、延伸倍率が高くなり、フィルム破断が多発し、製品歩留りが著しく悪くなる。

製膜方法

10 本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、以下の方法にて製造するのが好ましい。

単層フィルムの場合、熔融ポリエステルをダイからフィルム状に押出し、好ましくはポリエステルの融点 (T_m : °C) ないし ($T_m + 70$) °C の温度で押出し、急冷固化して未延伸フィルムとし、さらに該未延伸フィルムを一軸方向（縦方向または横方向）に ($T_g - 10$) ~ ($T_g + 70$) °C の温度（但し、 T_g : ポリエステルのガラス転移温度）で所定の倍率に延伸し、次いで上記延伸方向と直角方向（一段目が縦方向の場合には二段目は横方向となる）に $T_g \sim (T_g + 70)$ °C の温度で所定の倍率に延伸し、さらに熱処理する方法を用いて製造することができる。その際延伸倍率、延伸温度、熱処理条件等は上記フィルムの特性から選択、決定される。面積延伸倍率は15～35倍、さらには20～30倍にするのが好ましい。熱固定温度は190～250°Cの範囲内から、また処理時間は1～60秒の範囲内から決めるとよい。

かかる逐次二軸延伸法のほかに、同時二軸延伸法を用いることもできる。また逐次二軸延伸法において縦方向、横方向の延伸回数は1回に限られるものではなく、縦一横延伸を数回の延伸処理により行うことができ、その回数に限定されるものではない。例えば、さらに機械特性を上げたい場合には、熱固定処理前の上記二軸延伸フィルムについて、($T_g + 20$) ~ ($T_g + 70$) °C の温度で熱処理し、さらにこの熱処理温度より10～40°C高い温度で縦方向または横方向に

延伸し、続いてさらにこの延伸温度より20～50℃高い温度で横方向または縦方向に延伸し、縦方向の場合総合延伸倍率を4.0～6.0倍、横方向の場合総合延伸倍率を3.0～6.0倍にとすることが好ましい。

- 共押出し法により積層フィルムを製造する場合、2種以上の熔融ポリエステルをダイ内で積層してからフィルム状に押出し、好ましくはそれぞれのポリエステルの融点(T_m :℃)ないし(T_m+70)℃の温度で押出し、または2種以上の熔融ポリエステルのダイから押出した後に積層し、急冷固化して積層未延伸フィルムとし、ついで単層フィルムの場合と同じ方法、条件で二軸延伸、熱処理を行って積層二軸配向フィルムとする。
- 10 また、塗布法により積層フィルムを製造する場合、前記した(積層)未延伸フィルムまたは(積層)一軸延伸フィルムの片面または両面に所望の塗布液を塗布することで得るのが好ましい。

磁気記録媒体

- 本発明によれば、本発明の上記二軸配向ポリエステルフィルムをベースフィルムとし、その片面上に磁性層を有する磁気記録媒体が同様に提供される。
- 15

- 磁気記録媒体としては、上記本発明の二軸配向ポリエステルフィルムをベースフィルムとしていれば特に限定されず、例えば、QICやDLTさらには高容量タイプであるS-DLTやLTO等のリニアトラック方式のデータストレージテープなどが挙げられる。なお、ベースフィルムが温湿度変化による寸法変化および高張力下で高温高湿の状態で繰返し走行させたときに生じる縦方向の経時伸び(クリープ)による幅方向の経時収縮(クリープ)による寸法変化が極めて小さいので、テープの高容量化を確保するためにトラックピッチを狭くしてもトラックずれを引起し難い高密度高容量に好適な磁気記録媒体となる。
- 20

25 実施例

以下、実施例に基いて本発明をさらに説明する。なお、本発明における種々の物性値および特性は、以下のようにして測定されたものであり、かつ定義される。

(1) ヤング率

フィルムを試料幅10mm、長さ15cmに切り、チャック間100mmにして引張速度10mm/min、チャート速度500mm/minでインストロンタイプの万能引張試験装にて引張り、得られる荷重-伸び曲線の立上り部の接線よりヤング率を計算する。

5 (2) 表面粗さ (WR a、WR z)

WYKO社製非接触式三次元粗さ計 (NT-2000) を用いて測定倍率25倍、測定面積246.6μm×187.5μm (0.0462mm²) の条件にて、測定数 (n) 10以上で測定を行い、該粗さ計に内蔵された表面解析ソフトにより、中心面平均粗さ (WR a)、および10点平均粗さ (WR z) を求める。

10 (A) 中心面平均粗さ (WR a)

$$WR a = \sum_{k=1}^m \sum_{j=1}^n |Z_{jk} - \bar{Z}| / (m \cdot n)$$

15

$$\text{ここで、} \bar{Z} = \sum_{k=1}^m \sum_{j=1}^n Z_{jk} / (m \cdot n)$$

20 Z_{jk} は測定方向 (246.6μm)、それと直行する方向 (187.5μm) をそれぞれm分割、n分割したときの各方向のj番目、k番目の位置における3次元粗さチャート上の高さである。

(B) 10点平均粗さ (WR z)

ピーク (Hp) の高い方から5点と谷 (Hv) の低い方から5点を取り、その
25 平均粗さをWR z とする。

$$WR z = \frac{(Hp1 + Hp2 + Hp3 + Hp4 + Hp5) - (Hv1 + Hv2 + Hv3 + Hv4 + Hv5)}{5}$$

30

(3) 不活性粒子の平均粒径

島津製作所製CP-50型セントリフュグル パーティクル サイズ アナライザー (Centrifugal Particle Size Analyzer) を用いて測定する。得られる遠心沈降曲線をもとに算出する各粒子の粒径とその存在量との累積曲線から、50マスパーセント (mass percent) に相当する粒径を読み取り、この値を上記平均粒径とする。

(4) 幅方向の熱収縮率

温度105℃に設定された恒温槽の中にあらかじめ正確な長さを測定したフィルムの幅方向に長さ約30cm、幅1cmで切り出したフィルムを無荷重で入れ、30分間保持処理した後取出し、室温に戻してからその寸法の変化を読み取る。

10 熱処理前の長さ (L0) と熱処理後の長さ (L1) より、次式で熱収縮率を求める。

$$\text{熱収縮率} = (L0 - L1) / L0 \times 100 \quad [\%]$$

(5) 温度膨張係数 (α_t)

フィルムサンプルをフィルム幅方向に長さ15mm、幅5mmに切り出し、真空理工製TMA3000にセットし、窒素雰囲気下、60℃で30分前処理し、その後室温まで降温させる。その後25℃から70℃まで2℃/minで昇温し、各温度でのサンプル長を測定し、次式より温度膨張係数 (α_t) を算出する。

$$\alpha_t = \{(L2 - L1) / (L1 \times \Delta T)\} + 0.5 \times 10^{-6} \quad (\text{注})$$

ここで、L1 : 40℃時のサンプル長 (mm)

20 L2 : 60℃時のサンプル長 (mm)

ΔT : 20 (= 60 - 40℃)

注 : 石英ガラスの温度膨張係数

である。

(6) 湿度膨張係数 (α_h)

25 フィルムサンプルをフィルム幅方向に長さ15mm、幅5mmに切り出し、真空理工製TMA3000にセットし、窒素雰囲気下から、湿度30%RH、および湿度70%RHの一定に保ち、その時のサンプルの長さを測定し、次式にて湿度膨張係数を算出する。

$$\alpha h = \{(L_2 - L_1) / (L_1 \times \Delta H)\}$$

ここで、 L_1 : 湿度30%RH時のサンプル長 (mm)

L_2 : 湿度70%RH時のサンプル長 (mm)

ΔH : 40 (=70-30%RH)

5 である。

(7) フィルムの縦方向荷重印加後の幅方向の残留収縮

温度23℃、湿度50%の雰囲気下において、幅12.65mm (1/2インチ) にスリットしたフィルム (長さ30cm) を図1に示す通りにセットする。

なお、12.65mmにスリットしたサンプルは検出器にて幅方向の寸法が測定

10 できるようにするため、あらかじめ表面にスパッタによって金を蒸着しておく。

この状態でフィルムの片側 (もう一方は固定) にフィルムの厚み方向の単位断面積当たり2.7kgの重りをつけ、そのときのフィルムの幅 (L_1) をキーエンス製レーザー外径測定器 (本体: 3100型、センサー: 3060型) にて測定する。

15 その後、49℃ (120°F) ×90%RHの高温高湿下で、片側 (もう一方は固定) にフィルムの厚み方向の単位断面積当たり2.7kgの重りをつけ、72hr (3日間) 処理した後、重りを取り外し、温度23℃、湿度50%の雰囲気下で24hr調湿した後、再び、フィルムの片側 (もう一方は固定) に170g (6oz) の重りをつけ、そのときのフィルムの幅 (L_2) をキーエンス製レーザー外径測定器 (本体: 3100型、センサー: 3060型) にて測定する。

上記で測定した温湿度処理前後の寸法より、荷重下温湿度処理前後の幅寸法変化 (αW) は、次式より算出する。

$$\alpha W = \{(L_2 - L_1) / L_1\} \times 100 (\%)$$

(8) 結晶化度

25 密度勾配管でポリエステルフィルムの密度を測定し、次式より結晶化度を算出する。

$$\text{結晶化度 (\%)} = \frac{d - d_a}{d_c - d_a} \times 100$$

- 5 ここでd：フィルムの密度、d_a：非晶密度、d_c：結晶密度である。

なお、ポリエチレン-2，6-ナフタレンジカルボキシレートの場合、d_a：非晶密度=1.325 g/cm³、d_c：結晶密度=1.407 g/cm³とした。

(9) トラックずれ (エラーレート)

- メディアロジック社製ML4500B、QIC用システムを用いて、下記条件
10 にてエラーレートを測定する。

Current = 15.42mA

Frequency : 0.25MHz

Location=0

Threshold : 40.0

- 15 Bad/Good/MAX: 1/1/1

Tracks: 28

なお、エラーレート数は、測定したトラック数 (= 28) の平均値で表す。

条件1および条件2の測定は次のように行う。

- 条件1: 10℃、10%RHの温湿度下で記録した後45℃、80%RHの温
20 湿度下で再生し、温湿度変化によるトラックずれ量を測定する。

条件2: 23℃、50%RHの温湿度下で記録した後40℃、60%RHの温湿度下で60時間繰返し走行させ、23℃、50%RHの温湿度下に戻し、24時間保持した後、記録を再生し、比較的高温高湿度下での走行による幅収縮によるトラックずれ量を測定する。

- 25 評価基準は次の通りである。

◎: エラーレート無し

○: エラーレートは有るが、実用上問題無し

×: エラーレートが多く、実用上問題あり

(10) ガラス転移点 (T_g)

フィルム10mgを330℃で5分間メルトした後、セイコー電子工業(株)製熱分析システム(示差走査熱量計)SSC5200、DSC220にセットし、窒素気流中で20℃/minの昇温速度で加熱し、ベースラインに不連続が現れる領域の中点の温度をT_gとする。

5 (11) 吸熱ピークの吸熱エネルギー量

フィルム10mgをセイコー電子工業(株)製熱分析システム(示差走査熱量計)SSC5200、DSC220にセットし、窒素気流中で20℃/minの昇温速度で加熱し、フィルムの吸熱エネルギーに対応するDSCチャート上の吸熱側面積から求める。この面積は昇温することによりベースラインから吸熱側にずれ、さらに昇温を続けて吸熱ピークを経た後、ベースライン位置まで戻るまで吸熱側の面積であり、吸熱開始温度位置から終了温度位置までを直線で結び、面積(A)を求める。同じDSCの測定条件でIn(インジウム)を測定し、この面積(B)を28.5mJ/mgとして、次の式より求める。

$$\text{吸熱エネルギー量} = (A/B) \times 28.5 \text{ mJ/mg}$$

15 実施例1

平均粒径0.6μmの炭酸カルシウム粒子を0.02重量%、平均粒径0.1μmのシリカ粒子を0.2重量%含有したポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシートを180℃で5時間乾燥した後、押出機ホッパーに供給し、300℃で熔融し、T型押出ダイを用いて押出し、表面仕上げ0.3S、表面温度600℃に保持したキャストリングドラム上で急冷固化せしめて、未延伸フィルムを得た。

この未延伸フィルムを75℃にて予熱し、さらに低速、高速のロール間で14mm上方より830℃の表面温度の赤外線ヒーターにて加熱して5.1倍に延伸し、急冷し、続いてステンターに供給し、125℃にて横方向に4.8倍延伸した。さらに引き続いて240℃で10秒間熱固定した後、120℃にて横方向に1.0%弛緩処理をし、厚み4.5μmの二軸配向フィルムを得た。得られたフィルムのヤング率は縦方向8GPa、横方向6.5GPaであった。

一方、下記に示す組成物をボールミルに入れ、16時間混練、分散した後、イ

ソシアネート化合物（バイエル社製のデスモジュールL）5重量部を加え、1時間高速剪断分散して磁性塗料とした。

磁性塗料の組成：

- | | | |
|----|---|--------|
| | 針状Fe粒子 | 100重量部 |
| 5 | 塩化ビニル—酢酸ビニル共重合体
（積水化学製エスレック7A） | 15重量部 |
| | 熱可塑性ポリウレタン樹脂 | 5重量部 |
| | 酸化クロム | 5重量部 |
| | カーボンブラック | 5重量部 |
| 10 | レシチン | 2重量部 |
| | 脂肪酸エステル | 1重量部 |
| | トルエン | 50重量部 |
| | メチルエチルケトン | 50重量部 |
| | シクロヘキサノン | 50重量部 |
| 15 | この磁性塗料を上述のポリエチレン—2,6-ナフタレンジカルボキシレートフィルム片面に塗布厚さ0.5 μ mとなるように塗布し、次いで2,500ガウスの直流磁場中で配向処理を行い、100℃で加熱乾燥後、スーパーカレンダー処理（線圧2,000N/cm、温度80℃）を行い、巻き取った。この巻き取ったロールを55℃のオープン中に3日間放置した。 | |
| 20 | さらに下記組成のバックコート層塗料を厚さ1 μ mに塗布し、乾燥させ、さらに12.65mm（=1/2インチ）に裁断し、磁気テープを得た。 | |

バックコート層塗料の組成：

- | | | |
|----|------------------------------------|--------|
| | カーボンブラック | 100重量部 |
| | 熱可塑性ポリウレタン樹脂 | 60重量部 |
| 25 | イソシアネート化合物
（日本ポリウレタン工業社製コロネートL） | 18重量部 |
| | シリコンオイル | 0.5重量部 |
| | メチルエチルケトン | 250重量部 |

トルエン

50重量部

得られたフィルムおよびテープの特性を表1に示す。この表から明らかなように、エラーレートが少なく、出力特性も良好であった。

実施例2

- 5 平均粒径0.3 μm の架橋シリコーン樹脂粒子を0.13重量%、平均粒径0.1 μm の球状シリカ粒子を0.25重量%含有したA層用ポリエチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレートと、平均粒径0.1 μm の球状シリカ粒子を0.1重量%含有したB層用ポリエチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレートを作成した。このポリエチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレートのペレットを180℃で5時間乾燥した後、2台の押出機ホッパーにそれぞれ供給し、溶融温度300℃で溶融し、マルチマニホールド型共押出ダイを用いてA層とB層を積層して押出し、表面仕上げ0.3 S、表面温度60℃に保持したキャスティングドラム上で急冷固化せしめて、未延伸フィルムを得た。

- この未延伸フィルムを75℃にて予熱し、さらに低速、高速のロール間で14 mm上方より830℃の表面温度の赤外線ヒーターにて加熱して5.4倍に延伸し、急冷し、続いてステンターに供給し、125℃にて横方向に3.9倍延伸した。さらに引き続いて220℃で10秒間熱固定した後、120℃にて横方向に4.0%弛緩処理をし、厚み4.5 μm の二軸配向フィルムを得た。得られたフィルムのヤング率は縦方向9 GPa、横方向6 GPaであった。

- 20 以下は実施例1と同様の方法で熱処理後、実施例1と同じ磁性塗料をB層面に、反対面のA層面に実施例1と同じバックコート塗布し、磁気テープを得て評価した。この結果を表1に示す。実施例1と同様に良好な結果が得られた。

実施例3

- 25 実施例2のA層用不活性粒子を平均粒径0.3 μm の球状シリカ粒子0.25重量%、平均粒径0.1 μm の球状シリカ粒子0.23重量%と変更し、B層用不活性粒子には、平均粒径0.1 μm の球状シリカ0.01重量%を用い、また熱固定温度を200℃、かつまた横弛緩率を2.0%にする以外は実施例2と同様にして、厚み4.5 μm の二軸配向フィルムを得た。得られたフィルムのヤ

ング率は縦方向 9 GPa、横方向 6 GPa であった。

この二軸配向フィルムを実施例 2 と同様に加工して磁気テープを得た。この結果を表 1 に示す。実施例 1 と同様に良好な結果が得られた。

比較例 1 および 2

- 5 実施例 2 と同様の方法で未延伸フィルムを得、この未延伸フィルムを実施例 2 と同様の方法で延伸し、表 1 に示す熱固定温度で 10 秒間処理して、厚み 4.5 μm の二軸配向フィルムを得た。また磁気テープは実施例 2 と同様にして得た。

表 1 に示したように条件 1 あるいは条件 2 においてトラックずれが大きく、悪い結果となった。

10 比較例 3 ～ 5

実施例 2 と同様の方法で未延伸フィルムを得、この未延伸フィルムを表 1 に示したヤング率になるように縦延伸倍率および横延伸倍率を調整し、熱固定を 205℃で 10 秒間処理して、4.5 μm の二軸配向フィルムを得た。また磁気テープは実施例 2 と同様にして得た。

- 15 表 1 に示したように条件 1 あるいは条件 2 においてトラックずれが大きく、悪い結果となった。

表 1

	方向	単位	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5
ポリマーの種類			PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN
厚み		μm	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
ヤング率	縦方向	GPa	8.0	9.0	9.0	9.0	9.0	7.0	12.0	6.0
	幅方向	GPa	6.5	6.0	6.0	6.0	6.0	7.3	5.5	9.0
熱固定温度		$^{\circ}\text{C}$	240	220	200	250	180	205	205	205
幅方向弛緩率 (トーン)		%	1	4	2	0	0	0	0	0
結晶化度		%	43	36	29	46	25	33	33	33
熱収縮率	幅方向	%	0.2	0	0.5	0.2	0.8	0.3	0.2	0.4
温湿度膨張係数										
温度膨張係数 (α_t)	幅方向	$\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	14	15	11	19	9	3	19	-5
湿度膨張係数 (α_h)	幅方向	$\times 10^{-6}/\%\text{RH}$	14	13	13	16	11	9	17	7
$\alpha_t + 2\alpha_h$	幅方向		42	41	37	51	31	21	53	9
縦方向荷重下温湿度処理前後の幅寸法変化	幅方向	%	0.18	0.20	0.35	0.15	0.50	0.41	0.20	0.58
表面粗さ										
磁性面側										
WR a		nm	6	6	2	6	6	6	6	6
WR z		nm	200	80	30	80	80	80	80	80
バックコート面側										
WR a		nm	6	11	11	11	11	11	11	11
WR z		nm	200	150	110	150	150	150	150	150
トラッキングずれ										
条件 1			○	○	○	×	○	◎	×	◎
条件 2			◎	○	○	◎	×	×	○	×
電磁変換特性			○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎

実施例 4

- 平均粒径 $0.6 \mu\text{m}$ の炭酸カルシウム粒子を 0.02 重量% および平均粒径 $0.1 \mu\text{m}$ のシリカ粒子を 0.2 重量% 含有したポリエチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレート（固有粘度： 0.6 ）を 180°C で 5 時間乾燥した後、 300°C で熔融押出し、 60°C に保持したキャストリングドラム上で急冷個化せしめて、未延伸フィルムを得た。この未延伸フィルムを速度差を持った 2 つのロール間で 120°C の温度で 5.5 倍延伸し、さらにテンターによって横方向に 4.1 倍延伸し、その後 205°C で 10 秒間熱固定し、厚み $5.0 \mu\text{m}$ の二軸配向フィルムを得た。
- 10 得られた二軸配向フィルムを幅 $1,000 \text{ mm}$ 、長さ $5,000 \text{ m}$ にスリットし、サンプルロールとした。この状態で、 120°C まで 24 時間かけて昇温し、24 時間保持した後、24 時間かけて室温まで降温する熱処理を行った。熱処理後のフィルムには、結晶融解熱を示すピークとは異なる別の吸熱ピークが DSC 測定で観測され、この吸熱エネルギー量は 1.7 mJ/mg であった。また得られたフィルムのヤング率は縦方向 900 kg/mm^2 、横方向 600 kg/mm^2 であった。

- 実施例 1 で準備したと同じ磁性塗料を上述の二軸配向フィルムの片面に塗布厚さ $0.5 \mu\text{m}$ となるように塗布し、次いで $2,500$ ガウスの直流磁場中で配向処理を行い、 100°C で加熱乾燥後、スーパーカレンダー処理（線圧 200 kg/cm 、温度 80°C ）を行い、巻き取った。この巻き取ったロールを 55°C のオープン中に 3 日間放置した。

- さらに実施例 1 で同様に準備したと同じバックコート層塗料を該フィルムの他の面（非磁性層側の面）に、厚さ $1 \mu\text{m}$ に塗布し、乾燥させ、さらに 12.65 mm （ $= 1/2$ インチ）に裁断し、磁気テープを得た。
- 25 得られたフィルムおよびテープの特性を表 2 に示した。この表から明らかなように、得られたテープはエラーレートが少なく、出力特性も良好であった。

比較例 6

サンプルロールを熱処理しなかった以外は、実施例 4 と同様にして、テープを

得た。得られたフィルムおよびテープの特性を表2に示した。この表から明らかに、得られたテープは条件2のトラックずれが大きく、問題であった。

比較例7および8

- 二軸配向フィルム製膜時の延伸倍率を変更し、表2に示したヤングに変更した
5 以外は、比較例6と同様にして、テープを得た。得られたテープの特性を表2に示したが、比較例7については条件1のトラックずれが大きく、また、比較例8については条件2のトラックずれが大きく、問題であった。

実施例5

- 平均粒径0.3 μm の架橋シリコーン樹脂粒子を0.13重量%、平均粒径0.
10 1 μm の球状シリカ粒子を0.25重量%含有したB層用ポリエチレン-2, 6-
ナフタレンジカルボキシレート（固有粘度：0.6）と、平均粒径0.1 μm
の球状シリカ粒子を0.1重量%含有したA層用ポリエチレン-2, 6-ナフタ
レンジカルボキシレート（固有粘度：0.6）とを準備し、これらポリエチレン
-2, 6-ナフタレンジカルボキシレートのペレットを180℃で5時間乾燥し
15 た後、2台の押出機ホッパーに供給し、熔融温度300℃で熔融し、マルチマニ
ホールド型共押出ダイを用いて、B層の片側にA層を積層させ、表面仕上げ0.
3 S程度、表面温度60℃のキャストリングドラム上に押出し、積層未延伸フィ
ルムを得た。なお、層厚み構成は表1の表面粗さになるように2台の押出機の吐
出量にて調整した。
- 20 このようにして得られた積層未延伸フィルムを速度差を持った2つのロール間
で120℃の温度で5.5倍延伸し、さらにテンターによって横方向に4.1倍
延伸し、その後205℃で10秒間熱処理をした。

- 得られた積層二軸配向フィルムを幅1,000mm、長さ5,000mにスリ
ットし、サンプルロールとした。この状態で、100℃まで24時間かけて昇温
25 し、24時間保持した後、24時間かけて室温まで降温する熱処理を行った。熱
処理後のフィルムには、結晶融解熱を示すピークとは異なる別の吸熱ピークがD
SC測定で観測され、吸熱エネルギー量は1.0mJ/mgであった。また得ら
れたフィルムのヤング率は縦方向900kg/mm²、横方向600kg/mm

²であった。

このフィルムのA層（磁性層側）表面に磁性塗料を、またB層（非磁性層側）表面にバックコート層塗料を実施例4と同様に塗布し、乾燥させ、さらに12.65mm（=1/2インチ）に裁断し、磁気テープを得た。

- 5 得られた積層フィルムおよびテープの特性を表2に示した。この表から明らかなように、得られたテープはエラーレートが少なく、出力特性も良好であった。

実施例6

- 10 積層ポリエステルフィルムに含有させる不活性粒子を、B層用ポリエチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレートでは平均粒径0.3μmの球状シリカ粒子0.25重量%および平均粒径0.1μmの球状シリカ粒子0.23重量%とし、A層用ポリエチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレートでは平均粒径0.1μmの球状シリカ粒子を0.01重量%と変更し、かつまた得られた二軸配向フィルムのロールサンプルの熱処理温度を80℃に変更した以外は実施例5と同様にして、テープサンプルを得た。

- 15 得られた積層フィルムおよびテープの特性を表2に示した。この表から明らかなように、得られたテープはエラーレートが少なく、出力特性も良好であった。

実施例7

- 20 ポリエステルに含有させる不活性粒子を平均粒径0.3μmの球状シリカ粒子0.15重量%に変更し、かつまたロールサンプルの熱処理温度を60℃にした以外は実施例1と同様にして、フィルムおよびテープを得た。

得られたフィルムおよびテープの特性を表2に示した。この表から明らかなように、得られたテープはエラーレートが少なく、出力特性も良好であった。

表 2

	方向	単位	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	比較例 6	比較例 7	比較例 8
厚み		μm	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
ヤング率	縦方向	GPa	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	12.0	6.0
	幅方向	GPa	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	5.5	9.0
温湿度膨張係数 温度膨張係数 (α_t) 湿度膨張係数 (α_h) $\alpha_t + 2\alpha_h$	幅方向	$\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	12	12	12	12	12	19	-5
	幅方向	$\times 10^{-6}/\%\text{RH}$	10	10	10	10	10	17	7
	幅方向		32	32	32	32	32	53	9
		$^{\circ}\text{C}$	120	100	80	60	なし	なし	なし
ロールサンプルの熱処理温度		mJ/mg	1.7	1.0	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0
吸熱ピークのエネルギ量		%	31	31	31	31	31	31	31
結晶化度		%	0.2	0.5	0.6	0.6	0.6	0.2	0.4
熱収縮率	幅方向	%	0.05	0.08	0.12	0.28	0.36	0.18	0.52
荷重下温湿度処理前後の幅寸法変化	幅方向	%	0.05	0.08	0.12	0.28	0.36	0.18	0.52
表面粗さ									
磁性面側 WR a WR z バック-ト面側 WR a WR z		nm	6	6	2	8	6	6	6
		nm	200	80	30	130	200	200	200
		nm	6	11	11	8	6	6	6
		nm	200	150	110	130	200	200	200
トラックずれ									
条件 1			○	○	○	○	○	×	◎
条件 2			◎	◎	◎	○	×	◎	×
電磁変換特性			○	◎	◎	◎	○	○	○

本発明によれば、トラックずれによるエラーレートが発生がなく、出力特性に優れるデジタルデータストレージテープとして有用な磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルムを提供することができる。

請 求 の 範 囲

1. (1) フィルムの厚み方向の単位断面積 1 mm^2 当り 2. 7 k g の荷重を負荷して 49°C 、90 % RH で 72 時間処理したとき、処理前後のフィルム面において上記荷重負荷方向と直交する方向の寸法変化が 0. 40 % 以下であり、
- 5 (2) 結晶化度が 27 ~ 45 % であり、
- (3) フィルム面において上記荷重負荷方向と直交する方向の温度膨張係数 α_t が $-5 \times 10^{-6} \sim +20 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の範囲にあり、フィルム面において上記荷重負荷方向と直交する方向の湿度膨張係数 α_h が $+5 \times 10^{-6} \sim +20 \times 10^{-6} / \%$ RH の範囲にありかつ $(\alpha_t + 2\alpha_h)$ の値が $+45 \times 10^{-6}$ 以下であり、
- 10 (4) フィルム面において上記荷重負荷方向と直交する方向の熱収縮率が 0 ~ 0. 7 % の範囲にあり、そして
- (5) フィルム厚みが 3 ~ 7 μm の範囲にある、
- 15 ことを特徴とする、磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。
2. 示差走査型熱量計 (DSC) での測定において $120 \sim 160^\circ\text{C}$ の温度範囲に 0. 05 mJ / mg 以上の熱量の吸熱ピークを持つ請求項 1 に記載のフィルム。
- 20 3. 単層構造からなりそして少なくとも一方の露出表面の中心面平均粗さ WR_a が $1 \sim 10 \text{ nm}$ でありかつ 10 点平均粗さ WR_z が $30 \sim 250 \text{ nm}$ である請求項 1 に記載のフィルム。
4. 少なくとも 2 層の積層構造からなりそして一方の露出表面の WR_a が $1 \sim 10 \text{ nm}$ でありかつ WR_z が $30 \sim 250 \text{ nm}$ でありそして他方の露出表面の WR_a が $5 \sim 20 \text{ nm}$ でありかつ WR_z が $100 \sim 300 \text{ nm}$ である請求項 1 に記載のフィルム。
- 25

5. 上記荷重負荷方向のヤング率が少なくとも6 GPaであり、上記荷重負荷方向と直交する方向のヤング率が少なくとも4 GPaでありそしてこれらの直交する2方向のヤング率の和が10～20 GPaである請求項1に記載のフィルム。

- 5 6. 上記荷重負荷方向のヤング率がそれと直交する方向のヤング率よりも大きい請求項5に記載のフィルム。

7. ポリエチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレート素材とする請求項1に記載のフィルム。

10

8. 請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルムおよびその片側表面上の磁性層からなる磁気記録媒体。

9. 二軸配向ポリエステルフィルムが単層構造からなりそして少なくとも一方の
15 露出表面の中心面平均粗さWRaが1～10 nmでありかつ10点平均粗さWRzが30～250 nmであり、そして該露出表面上に上記磁性層が存在する請求項8に記載の磁気記録媒体。

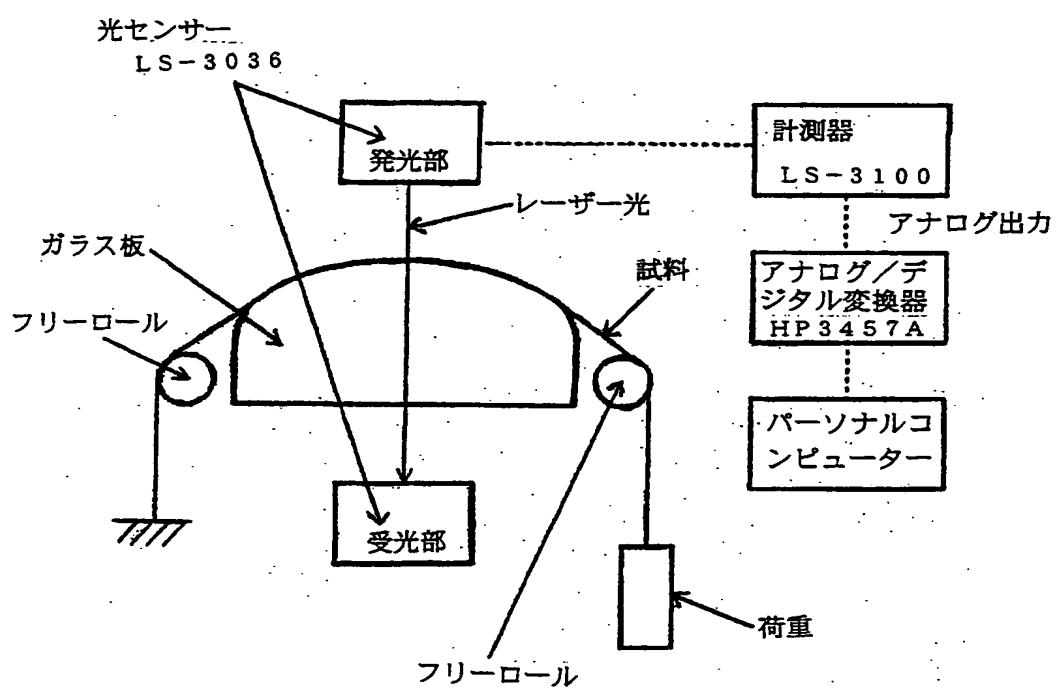
10. 二軸配向ポリエステルフィルムが少なくとも2層の積層構造からなり、一
20 方の露出表面のWRaが1～10 nmでありかつWRzが30～250 nmでありそして他方の露出表面のWRaが5～20 nmでありかつWRzが100～300 nmであり、そしてWRaが1～10 nmでありかつWRzが30～250 nmである上記露出表面上に上記磁性層が存在する請求項8に記載の磁気記録媒体。

25

11. デジタル記録型磁気記録媒体である請求項8に記載の磁気記録媒体。

$\frac{1}{1}$

図 1



THIS PAGE BLANK (USPTO)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/03780

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ B29C 55/12, C08J 5/18, G11B 5/73 //
B29K 67:00, C08L 67:02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ B29C 55/00-55/30, C08J 5/18, G11B 5/62-5/82

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 8-244110, A (Toray Industries, Inc.), 24 September, 1996 (24.09.96), Claims; implementation example (Family: none)	1-11
A	WO, 99/29488, A1 (Teijin Limited), 17 June, 1999 (17.06.99), Claims; implementation example & EP, 982115, A1	1-11
A	JP, 5-212787, A (Teijin Limited), 24 August, 1993 (24.08.93), Claims; implementation example (Family: none)	1-11
A	JP, 11-129327, A (Toray Industries, Inc.), 18 May, 1999 (18.05.99), Claims; implementation example (Family: none)	1-11

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not
considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing
date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is
cited to establish the publication date of another citation or other
special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other
means
"P" document published prior to the international filing date but later
than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or
priority date and not in conflict with the application but cited to
understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be
considered novel or cannot be considered to involve an inventive
step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be
considered to involve an inventive step when the document is
combined with one or more other such documents, such
combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
04 September, 2000 (04.09.00)

Date of mailing of the international search report
12 September, 2000 (12.09.00)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP00/03780

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl⁷ B29C 55/12, C08J 5/18, G11B 5/73 //
B29K 67:00, C08L 67:02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl⁷ B29C 55/00-55/30, C08J 5/18, G11B 5/62-5/82

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2000年
日本国登録実用新案公報 1994-2000年
日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 8-244110, A (東レ株式会社), 24. 9月. 1996 (24. 09. 96), 特許請求の範囲, 実施例 (ファミリーなし)	1-11
A	WO, 99/29488, A1 (帝人株式会社), 17. 6月. 1999 (17. 06. 99), 請求の範囲, 実施例 & EP, 982115, A1	1-11

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

04. 09. 00

国際調査報告の発送日

12.09.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

中 田 とし子



4F

8017

電話番号 03-3581-1101 内線 3430

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 5-212787, A (帝人株式会社), 24. 8月. 1993 (24. 08. 93), 特許請求の範囲, 実施例 (ファミリーなし)	1-11
A	JP, 11-129327, A (東レ株式会社), 18. 5月. 1999 (18. 05. 99), 特許請求の範囲, 実施例 (ファミリーなし)	1-11

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2000年12月21日 (21.12.2000)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 00/76749 A1

(51) 国際特許分類: B29C 55/12, C08J 5/18,
G11B 5/73 // B29K 67:00, C08L 67:02

(KOBAYASHI, Ieyasu) [JP/JP]. 大澤利文 (OSAWA, Toshifumi) [JP/JP]; 〒229-1105 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社 相模原研究センター内 Kanagawa (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP00/03780

(22) 国際出願日: 2000年6月9日 (09.06.2000)

(74) 代理人: 弁理士 大島正孝 (OHSHIMA, Masataka); 〒160-0004 東京都新宿区四谷四丁目3番地 福屋ビル 大島特許事務所 Tokyo (JP).

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(81) 指定国 (国内): JP, KR, US.

(30) 優先権データ:
特願平11/166593 1999年6月14日 (14.06.1999) JP
特願平11/347391 1999年12月7日 (07.12.1999) JP

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 帝人株式会社 (TEIJIN LIMITED) [JP/JP]; 〒541-0054 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号 Osaka (JP).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

(72) 発明者; および

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 小林家康

(54) Title: BIAXIALLY ORIENTED POLYESTER FILM AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: 二軸配向ポリエステルフィルムおよび磁気記録媒体

(57) Abstract: A biaxially oriented polyester film for magnetic recording media, wherein (1) the film has a width-direction dimensional change of 0.40% or smaller through 72-hour treatment at 49°C and 90 %RH under a machine-direction load of 170 (g/12.65 mm), (2) the film has a crystallinity of 27 to 45%, (3) the width-direction thermal expansion coefficient α_t ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) and width-direction moisture expansion coefficient α_h ($\times 10^{-6}/\% \text{RH}$) of the film satisfy the relationship $(\alpha_t + 2\alpha_h) \leq 45$, (4) the film has a width-direction thermal shrinkage of 0 to 0.7%, and (5) the film has a thickness of 3 to 7 μm . The film is useful especially in digital data storage of the linear track type. It is less apt to produce errors caused by track shifting due to tape width fluctuations, and improves output properties.

[続葉有]

WO 00/76749 A1



(57) 要約:

- (1) 縦方向に170 (g/12.65mm) の荷重をかけ、49℃、90%RHで72時間処理した時の処理前後の幅方向の寸法変化が0.40%以下で、
- (2) 該フィルムの結晶化度が27~45%で、
- (3) 該フィルムの幅方向の温度膨張係数 α_t ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) と湿度膨張係数 α_h ($\times 10^{-6}/\% \text{RH}$) の関係が $(\alpha_t + 2\alpha_h) \leq 45$ であり、
- (4) 該フィルムの幅方向の熱収縮率が0~0.7%であり、そして
- (5) 厚みが3~7 μm である

磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。このフィルムは、特にリニアトラック方式のデジタルデータストレージ用途に有用であり、テープ幅の寸法変化によるトラックずれによるエラーを発生し難く、出力特性を向上させる。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application N .

PCT/JP00/03780

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ B29C 55/12, C08J 5/18, G11B 5/73 //
B29K 67:00, C08L 67:02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ B29C 55/00-55/30, C08J 5/18, G11B 5/62-5/82

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 8-244110, A (Toray Industries, Inc.), 24 September, 1996 (24.09.96), Claims; implementation example (Family: none)	1-11
A	WO, 99/29488, A1 (Teijin Limited), 17 June, 1999 (17.06.99), Claims; implementation example & EP, 982115, A1	1-11
A	JP, 5-212787, A (Teijin Limited), 24 August, 1993 (24.08.93), Claims; implementation example (Family: none)	1-11
A	JP, 11-129327, A (Toray Industries, Inc.), 18 May, 1999 (18.05.99), Claims; implementation example (Family: none)	1-11

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
04 September, 2000 (04.09.00)

Date of mailing of the international search report
12 September, 2000 (12.09.00)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

